

**PENGARUH GUGUS METOKSI PADA
4-METOKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS
2,5-BIS-(4-METOKSIBENZILIDEN) SIKLOPENTANON
DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO**



LINDRA ARTANTI

2443017012

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2021

**PENGARUH GUGUS METOKSI PADA
4-METOKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS 2,5-BIS-(4-
METOKSIBENZILIDEN)SIKLOPENTANON DENGAN BANTUAN
IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

SKRIPSI

OLEH:

LINDRA ARTANTI

2443017012

Telah disetujui pada tanggal 23 Maret 2021 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



Prof. Dr. apt. Tutuk Budiati, MS.
NIK. 241.18.0996

Pembimbing II,



Prof. Dr. apt. Ami Soewandi J.S.
NIK. 241.02.0542

Mengetahui,

Ketua Penguji



Dra. apt. Emi Sukarti, M.Si.
NIK. 241.81.0081

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, penulis menyetujui skripsi/karya ilmiah penulis, dengan judul : **Pengaruh Gugus Metoksi pada 4-Metoksibenzaldehida terhadap Sintesis 2,5-bis-(4-Metoksibenziliden)siklopentanon dengan bantuan Iradiasi Gelombang Mikro** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini penulis buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 05 Mei 2021



Lindra Artanti
2443017012

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila dikemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 05 Mei 2021



Lindra Artanti
2443017012

ABSTRAK

PENGARUH GUGUS METOKSI PADA 4-METOKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS 2,5-BIS-(4-METOKSIBENZILIDEN)SIKLOPENTANON DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

LINDRA ARTANTI
2443017012

Senyawa kurkumin dan turunannya memiliki banyak aktivitas farmakologis salah satunya antioksidan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh gugus metoksi pada sintesis senyawa 2,5-bis-(4-metoksibenziliden)siklopentanon dengan membandingkan persen hasil sintesis senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon dan senyawa 2,5-bis-(4-metoksibenziliden)siklopentanon yang disintesis dengan bantuan iradiasi gelombang mikro pada kondisi optimum yang sama. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah benzaldehida (5 mmol) , 4-metoksibenzaldehida (5 mmol), siklopentanon (2 mmol), dan NaOH 10% (2 mmol). Metode yang digunakan dalam penelitian ini yaitu membandingkan sintesis senyawa analog kurkumin berbahan dasar benzaldehida atau 4-metoksibenzaldehida dan siklopentanon dengan katalis basa (NaOH). Hasil analisis dihasilkan senyawa target 2,5-dibenzilidensiklopentanon dan 2,5-bis-(4-metoksibenziliden)siklopentanon telah terbentuk berupa kristal warna kuning dengan titik leleh 192-194°C dan 211-213°C, memiliki hasil rendemen sebesar 89.1% dan 99.88%. Hal tersebut dapat disimpulkan bahwa gugus metoksi meningkatkan kecepatan reaksi kondensasi *Claisen-Schmidt* pada sintesis 2,5-bis-(4-metoksibenziliden)siklopentanon sehingga meningkatkan hasil rendemen sintesis.

Kata kunci : siklopentanon, benzaldehid, 4-metoksibenzaldehid, 2,5-dibenzilidensiklopentanon, 2,5-bis-(4-metoksibenziliden)siklopentanon

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF 4-METHOXY SUBSTITUENT ON THE SYNTHESIS OF 2,5-BIS-(4- METHOXYBENZILIDENE)CYCLOPENTANONE BY MICROWAVE ASSISTED IRRADIATION

**LINDRA ARTANTI
2443017012**

Curcumin compounds and their derivatives have many pharmacological activities, one of which is antioxidants. The purpose of this study was to determine the effect of the methoxy group on the synthesis of 2,5-*bis*-(4-methoxybenzyliden) cyclopentanone by comparing the percent of the synthesis of 2,5-dibenzylidencyclopentanone and 2,5-*bis*-(4-methoxybenzyliden)cyclopentanone, which was synthesized with the help of microwave irradiation. The materials used in this study were benzaldehyde (5 mmol), 4-methoxybenzaldehyde (5 mmol), cyclopentanone (2 mmol), and NaOH 10% (2 mmol). The method used in this study was to compare the synthesis of a curcumin analogue compound based on benzaldehyde or 4-methoxybenzaldehyde and cyclopentanone with an alkaline catalyst (NaOH). The results of the analysis, the target compounds 2,5-dibenzylidencyclopentanone and 2,5-*bis*-(4-methoxybenzyliden)cyclopentanone have been formed in the form of yellow crystals with melting points of 192-194° C and 211-213° C, have yields of 89.1% and 99.88%. It can be concluded that the methoxy group increases the rate of the Claisen-Schmidt condensation reaction in the synthesis of 2,5-*bis*-(4-methoxybenzyliden) cyclopentanone thereby increasing the yield of the synthesis.

Keywords : cyclopentanone, benzaldehyde, 4-methoxybenzaldehyde, 2,5-dibenzylidencyclopentanone, 2,5-*bis*-(4-methoxybenzyliden) cyclopentanone

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan yang Maha Esa yang telah melimpahkan karunia dan rahmatNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pengaruh Gugus Metoksi pada 4-metoksibenzaldehida terhadap sintesis 2,5-bis-(4-metoksibenziliden)siklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro”**. Penyusunan skripsi ini dimaksudkan untuk memenuhi persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama proses pembuatan naskah skripsi ini, kepada :

1. Drs. apt. Kuncoro Foe, Ph.D. selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
2. apt. Sumi Wijaya. S, Si., Ph.D. selaku Dekan, dan apt. Diga Albrian Setiadi, S.Farm., M.Farm. selaku Kaprodi Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
3. Prof. Dr. apt. Tutuk Budiati, MS. selaku pembimbing I dan Prof. Dr. apt. Ami Soewandi J.S. selaku pembimbing II yang telah mendukung dalam banyak hal, memberikan dukungan dan dorongan serta motivasi, memberikan saran dan nasehat, serta senantiasa meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan kesabaran dalam membimbing penulis dari awal hingga akhir penulisan naskah skripsi ini.
4. Dosen penguji (Dra. apt. Emi Sukarti, M.Si. dan Dr. F.V. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si.) yang menyediakan banyak masukan dan

saran untuk memperbaiki naskah persiapan skripsi ini dari awal hingga akhir.

5. Drs. apt. Kuncoro Foe, Ph.D. selaku Penasehat Akademik yang selalu dengan kesabaran memberikan dorongan, nasehat dan semangat bagi penulis selama menempu ilmu di jenjang Strata-1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
6. Seluruh staf laboratorium, khususnya Pak Heri selaku staf laboran di Laboratorium Kimia Organik, Mas Dwi selaku staf laboran di Laboratorium Penelitian dan Mbak Evi selaku staf laboran di Laboratorium Kimia Analisis Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, yang telah membantu membantu skripsi ini.
7. Keluarga terutama kedua orangtua (Bapak Bambang Moedjiono dan Ibu Ester Nony Tartanti) yang selalu mendukung moril dan doa, menyemangati dan juga memberikan nasehat berharga bagi penulis.
8. Imanuel Farid Eka Saputra yang selalu mendukung, menyemangati juga memberikan masukan serta motivasi yang membantu penulis dalam pembuatan skripsi.
9. Teman-teman satu tim kelompok “Sintesis siklopentanon” (Lina, Rini, dan Rizcha, Nando, Erika, Farrel, Agni, Lady) yang selalu menemani, menyemangati, memberikan masukan dan membantu dalam proses pembuatan skripsi.
10. Teman-teman angkatan 2017 dan semua pihak yang telah memberikan bantuan langsung atau tidak langsung yang tidak dapat menerima satu per satu, dalam pembuatan skripsi ini.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam pembahasan skripsi ini. Akhir kata penulis sangat mengharapkan kritik dan saran agar naskah skripsi ini dapat lebih disempurnakan dan dapat bermanfaat bagi kepentingan masyarakat.

Surabaya, Mei 2021

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	v
<i>ABSTRACT</i>	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
BAB.1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Hipotesis Penelitian	7
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB.2 TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Tinjauan Tentang Kurkumin	8
2.2 Tinjauan Tentang Reaksi Sintesis Organik.....	9
2.2.1 Kondensasi Aldol	9
2.2.2 Kondensasi Aldol Silang	11
2.3 Tinjauan Tentang Reaksi Sintesis 2,5-dibenzilidensiklopentanon dan 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon	13
2.4 Tinjauan Tentang Metode Sintesis	16
2.5 Tinjauan Tentang Metode Sintesis Iradiasi Gelombang Mikro	17
2.5.1 Prinsip Kerja Dan Mekanisme Iradiasi Gelombang Mikro.....	18

	Halaman
2.5.2 Keuntungan Sintesis Dengan Iradiasi Gelombang Mikro	19
2.6 Tinjauan Tentang Rekristalisasi	20
2.7 Tinjauan Tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	21
2.7.1 Uji Kromatografi Lapis Tipis	21
2.7.2 Uji Titik Leleh	22
2.8 Tinjauan Tentang Uji Identifikasi Struktur.....	22
2.8.1 Uji Spektrofotometri Inframerah (IR).....	22
2.8.2 Uji Spektroskopi UV-Vis	23
2.8.3 Uji Spektrometri Resonansi Magnetik Inti (^1H – NMR).....	24
2.9 Tinjauan Tentang Senyawa Untuk Sintesis	25
2.9.1 Benzaldehida	25
2.9.2 Siklopentanon	25
2.9.3 4-Metoksibenzaldehida.....	25
2.9.4 2,5-dibenzilidensiklopentanon.....	26
2.9.5 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)siklopentanon	26
BAB.3 METODE PENELITIAN	27
3.1 Jenis Penelitian	27
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	27
3.2.1 Alat Penelitian	27
3.2.2 Bahan Penelitian.....	27
3.3 Metodologi Penelitian	28
3.4 Tahapan Penelitian	28
3.5 Metode Penelitian.....	29

	Halaman
3.5.1	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon Dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro29
3.5.2	Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon Dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro Pada Kondisi Optimum Terpilih30
3.5.3	Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden) Siklopentanon Pada Kondisi Optimum Terpilih.....31
3.6	Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis32
3.6.1	Uji Kromatografi Lapis Tipis32
3.6.2	Uji Titik Leleh32
3.7	Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis.....33
3.7.1	Identifikasi Struktur Dengan Spektrofotometer Inframerah33
3.7.2	Identifikasi Struktur Dengan Spektroskopi UV-Vis33
3.7.3	Identifikasi Struktur Dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti33
3.8	Analisis Data34
BAB.4 HASIL DAN PEMBAHASAN35	
4.1	Penentuan Kondisi Reaksi Optimum Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon35
4.2	Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon39
4.2.1	Hasil Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon Pada Kondisi Reaksi Optimum.....39
4.2.2	Rendemen Hasil Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon40
4.3	Identifikasi Kemurnian Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon41

	Halaman
4.3.1 Uji Kemurnian Senyawa Dengan Kromatografis Lapis Tipis	41
4.3.2 Uji Kemurnian Senyawa Dengan Penentuan Titik Leleh.....	43
4.4 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis.....	44
4.4.1 Identifikasi Struktur Dengan Spektrofotometer Inframerah.....	44
4.4.2 Identifikasi Struktur Dengan Spektroskopi UV-Vis	47
4.4.3 Identifikasi Struktur Dengan Spektroskopi Magnetik Inti	48
4.4.4 Analisis Spektra Hasil Pengujian Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon	50
4.5 Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon	51
4.5.1 Hasil Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon.....	51
4.5.2 Rendemen Hasil Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon.....	52
4.6 Identifikasi Kemurnian Senyawa 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon.....	53
4.6.1 Uji Kemurnian Senyawa Dengan Kromatografi Lapis Tipis	53
4.6.2 Uji Kemurnian Senyawa Dengan Penentuan Titik Leleh.....	55
4.7 Identifikasi Struktur Senyawa 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon.....	56
4.7.1 Identifikasi Struktur Dengan Spektrofotometer Inframerah.....	56
4.7.2 Identifikasi Struktur Dengan Spektroskopi UV-Vis	59

	Halaman
4.7.3 Identifikasi Struktur Dengan Spektroskopi Magnetik Inti	61
4.7.4 Analisis Spektra Hasil Pengujian Senyawa 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon.....	63
4.8 Pengaruh Gugus Metoksi Terhadap Sintesis 2,5-Bis-(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon.....	67
BAB.5 KESIMPULAN DAN SARAN	69
5.1 Kesimpulan.....	69
5.2 Saran.....	69
DAFTAR PUSTAKA	70
LAMPIRAN	73

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1	Parameter Kondisi Reaksi Optimum Sintesis29
Tabel 4.1	Data Hasil Optimasi Fase Gerak Pada Uji KLT Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon ...37
Tabel 4.2	Data Hasil Optimasi Kondisi Terpilih Reaksi Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon.....39
Tabel 4.3	Hasil Rendemen Sintesis Senyawa 2,5- dibenzilidensiklopentanon41
Tabel 4.4	Data Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- dibenzilidensiklopentanon Dengan KLT42
Tabel 4.5	Data Hasil Uji Penentuan Titik Leleh 2,5- dibenzilidensiklopentanon44
Tabel 4.6	Interpretasi Data Spektrum Inframerah Senyawa Benzaldehid Dan 2,5-dibenzilidensiklopentanon45
Tabel 4.7	Interpretasi Data Spektrum ¹ H – NMR Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon49
Tabel 4.8	Hasil Rendemen Sintesis Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon53
Tabel 4.9	Data Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4- Metoksibenziliden)Siklopentanon Dengan KLT54
Tabel 4.10	Data Hasil Uji Penentuan Titik Leleh 2,5- <i>Bis</i> -(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon56
Tabel 4.11	Interpretasi Data Spektrum Inframerah Senyawa 4-Metoksibenzaldehid Dan 2,5- <i>Bis</i> -(4- Metoksibenziliden)Siklopentanon..57
Tabel 4.12	Interpretasi Data Spektrum ¹ H – NMR Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-Metoksibenziliden)Siklopentanon62

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1	Reaksi Antara Siklopentanon Dan Benzaldehida3
Gambar 2.1	Struktur Kimia Komponen Kurkuminoid9
Gambar 2.2	(A) Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol.....11 (B) Reaksi Dehidrasi Pada Produk Reaksi Aldol11
Gambar 2.3	Reaksi Kondensasi Aldol Silang Pada Benzaldehida Dan 2-Metilsikloheksanon13
Gambar 2.4	(A) Mekanisme Reaksi Turunan Benzaldehida Dan Siklopentanon Dengan Katalis Asam.....15 (B) Mekanisme Reaksi Turunan Benzaldehida Dan Siklopentanon Dengan Katalis Basa15
Gambar 4.1	Kromatogram Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon Pada Kondisi Reaksi Optimum.....38
Gambar 4.2	Kristal Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon40
Gambar 4.3	Data KLT Uji Kemurnian Senyawa 2,5- Dibenzilidensiklopentanon42
Gambar 4.4	Spektra IR Dengan Metode UATR (A) Benzaldehida.....45 (B) 2,5-Dibenzilidensiklopentanon.....45
Gambar 4.5	Perbandingan Sistem Terkonjugasi Senyawa (A) Benzaldehida.....47 (B) 2,5-Dibenzilidensiklopentanon.....47
Gambar 4.6	Spektrum UV-Vis Dalam Pelarut Etanol (A) Benzaldehid.....47 (B) 2,5-Dibenzilidensiklopentanon.....47
Gambar 4.7	Spektrum ¹ H – NMR Senyawa 2,5- Dibenzilidensiklopentanon Dalam Pelarut Kloroform ...49

Halaman

Gambar 4.8	Struktur Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon.....	51
Gambar 4.9	Kristal Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon	52
Gambar 4.10	Data KLT Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon	54
Gambar 4.11	Spektra IR Dengan Metode UATR (A) 4-Metoksibenzaldehida	57
	(B) 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon.....	57
Gambar 4.12	Perbandingan Sistem Terkonjugasi Senyawa (A) 4-Metoksibenzaldehida	60
	(B) 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon	60
Gambar 4.13	Spektrum UV-Vis Dalam Pelarut Etanol (A) 4-Metoksibenzaldehid	60
	(B) 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon.....	60
Gambar 4.14	Spektrum ¹ H – NMR Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon Dalam Pelarut Kloroform.....	62
Gambar 4.15	Struktur Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon	65
Gambar 4.16	Mekanisme Kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i> Sintesis Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon Dan 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon	66
Gambar 4.17	Pengaruh Gugus Metoksi Pada Sintesis Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon	68

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A	Skema Sintesis Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon Dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro73
Lampiran B	Skema Sintesis Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4- metoksibenziliden)siklopentanon Dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro74
Lampiran C	Perhitungan Berat Teoritis Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon75
Lampiran D	Perhitungan Berat Teoritis Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon76
Lampiran E	Spektrum Inframerah Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon, Benzaldehid, Dan Overlay77
Lampiran F	Spektrum Inframerah Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon Dan 4-Metoksibenzaldehid79
Lampiran G	Perbesaran Spektrum ¹ H – NMR Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon80
Lampiran H	Perbesaran Spektrum ¹ H-NMR Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon81
Lampiran I	Analisis Spektrum ¹ H – NMR Senyawa 2,5-Dibenzilidensiklopentanon Dan Senyawa 2,5- <i>Bis</i> -(4-metoksibenziliden)siklopentanon Dengan Program MNOVA82